

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl. 7
D01D 5/11

(11) 공개번호 특2002 - 0051066
(43) 공개일자 2002년06월28일

(21) 출원번호 10 - 2000 - 0080518
(22) 출원일자 2000년12월22일

(71) 출원인
한국과학기술연구원
박호군
서울 성북구 하월곡2동 39 - 1

(72) 발명자
이화섭
서울특별시 강남구 청담동 60번지 삼성청담공원아파트 103동 601호
조성무
서울특별시 성북구 성북 1동 177 - 14
고석구
서울특별시 중랑구 면목 7동 634 - 114
천석원
서울특별시 강북구 수유 2동 벽산아파트 13동 1504호

(74) 대리인
이재화

심사청구 : 있음

(54) 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치 및 그 방법

요약

본 발명은 전하 유도 방사법(Electrospinning)을 이용하여 다공성 고분자웹을 제조하기 위한 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치 및 그 방법에 대한 것이다.

본 발명은 고 다공성 고분자웹을 제조하는 방법에 있어서, 적어도 1종의 고분자 물질을 액상으로 형성하는 단계와; 상기 액상의 고분자 물질을 하전된 1이상의 노즐을 통하여, 상기 노즐의 아래에 위치하면서 상기 노즐의 하전 극성과 다른 극성으로 대전되어 일정한 속도로 이동하는 컬렉터로 분사하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 방법을 제공한다.

대표도
도 2a

색인어
고 다공성, 고분자웹, 전하 유도 방사, 노즐

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명에 의해서 제조한 다공성 고분자웹의 투과 전자 현미경 사진.

도 2a는 본 발명에 따른 전하 유도 방사 장치의 제 1실시예의 구성을 설명하기 위한 구성도.

도 2b는 본 발명에 따른 전하 유도 방사 장치의 제 2실시예의 구성을 설명하기 위한 구성도.

도 3은 본 발명에 따른 전하 유도 방사 장치에서 방사팩의 제 1실시예를 나타낸 구성도.

도 4는 본 발명에 따른 전하 유도 방사 장치에서 방사팩의 제 2실시예를 나타낸 구성도.

도 5는 본 발명에서 노즐의 다양한 형태를 설명하기 위한 실시예들을 나타낸 예시도.

* 도면의 주요 부분에 대한 부호 설명 *

10 : 배럴12 : 펌프

20 : 방사팩22 : 인입관

24 : 베이스26 : 베이스 도전판

28 : 전하 분배판30 : 도전판

31 : 노즐32 : 유니노즐

33 : 멀티노즐34 : 노즐 텁

40 : 제 1고전압 발생부45 : 제 2고전압 발생부

50 : 컬렉터52 : 룰러

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치 및 그 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 전하 유도 방사법(Electrospinning)을 이용하여 다공성 고분자웹을 제조하기 위한 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치 및 그 방법에 대한 것이다.

기존의 섬유제조기술, 즉 용융방사, 습식방사, 건식방사, 건습식 방사 등은 고분자 용융체 혹은 용액을 기계적 힘으로 노즐을 통해 압출시켜 방사하며 이를 응고 혹은 고화시켜 섬유를 제조한다.

기존 공정을 이용하여 제조하면 수~수십 μm 의 직경을 갖는 섬유제조가 가능하고, 현재의 기술로는 서브미크론~수 μm 직경의 초극세사 섬유제조가 특정한 고분자만이 가능하며, 섬유의 일부를 녹여내는 방법 등을 이용하여야만 가능한 매우 복잡한 제한된 공정이다.

전하 유도 방사 공정은 고분자 용융체(melt), 고분자 용액(solution) 등 다양한 종류의 고분자가 적용이 가능하며 수 nm 직경을 갖는 섬유의 제조도 가능한 것으로 최근에 보고되고 있다.

이같은 작은 섬유 직경은 기존 섬유에 비해 부피에 대한 표면적의 비가 지극히 높고, 높은 다공성(porosity)을 갖는 막의 제조가 가능하며, 기존의 제품에서 갖기 어려운 새로운 물성을 제공할 수 있다.

이와 관련된 보고로는 Doshi와 Reneker의 *Electrospinning Process and Applications of Electrospun Fibers (J. Electrostatics, 35, 151 - 160 (1995))* 등이 있고, Frank 등이 주장한 미국 특허 USP 6106913호에 의하면 전하 유도 방사법과 공기 와류를 이용한 방사(air vortex spinning) 기술을 결합하여 방사(紡絲, Yarn)를 제조하는 데 사용될 수 있는 4Å에서 1nm의 섬유상을 제조할 수 있다는 보고가 있고, 또 다른 미국 특허 USP 06110590호에 의하면 전하 유도 방사법을 이용하여 2~2000nm의 직경을 갖는 생분해성 실크의 제조에 관하여 주장하였다.

또한, 전하 유도 방사 공정은 액상에서 직접 고분자웹을 제조할 수 있기 때문에 기존의 방사법에 비하여 공정이 매우 단순하다.

이같은 전하 유도 방사 공정에 사용 가능한 고분자로는 PVDF(poly(vinylidenefluoride)), poly(vinylidene fluoride - co - hexafluoropropylene), polyacrylonitrile, poly(acrylonitrile - co - methacrylate), polymethylmethacrylate, polyvinylchloride, poly(vinylidenechloride - co - acrylate), polyethylene, polypropylene, nylon12, nylon - 4,6 등의 나이론 계열, aramid, polybenzimidazole, polyvinylalcohol, cellulose, cellulose acetate, 셀룰로오스 아세테이트 부틸레이트, polyvinyl pyrrolidone - vinyl acetates, poly(bis - (2 - (2 - methoxy - ethoxyethoxy) phosphazene (MEEP), poly(ethylene imide) (PEI), poly(ethylene succinate), poly(ethylene sulphide), poly(oxymethylene - oligo - oxyethylene), poly(propyleneoxide), poly(vinyl acetate), polyaniline, poly(ethylene terephthalate), poly(hydroxy butyrate), poly(ethylene oxide), SBS copolymer, poly(lacticacid), polypeptide, protein 등의 biopolymer, coal - tar pitch, petroleum pitch 등의 pitch계 등의 다양한 고분자가 적용 가능하며, 이들의 공중합체(copolymer) 및 혼합물(blend) 등도 가능하다. 뿐만 아니라 상기 고분자에 애멸전이나 유기, 무기물의 분말상을 혼합하여 사용하는 것도 가능하다.

그러나, 전하 유도 방사 공정은 물리적인 외부의 물리적인 힘에 전하힘을 추가하여 토출시키는 기존의 전기 도장 등의 상용화된 유사 공정과는 달리 전하의 힘에 크게 의존하는 공정이므로, 상기와 같은 가는 직경의 섬유상으로 구성된 웹을 제조하기 위해서는 하나의 노즐에서 토출량을 높여 생산성을 높이기에 제한이 있으므로 좁은 공간에 많은 노즐을 밀집하여 사용하는 것이 매우 중요하며 각각의 노즐을 정밀하게 제어하는 것이 제품의 품질에 매우 중요하다.

특히, 하나의 노즐에 밀집시켜 다량 토출시키는 것이 매우 중요하며 또한 노즐을 단순히 나열하여 사용하면 각 노즐에서 토출되는 섬유상의 고분자가 전하를 가지고 있으므로 상호 간섭을 받아 서로 반발하여 밀어내고 컬렉터(collector)의 영역을 벗어나며 또한 모세관 노즐의 환경이 서로 달라 각 노즐별로 토출이 균일하지 않아 균일한 두께의 막을 제조하는 데 곤란하다.

전하를 띤 유기 용액의 거동에 관한 보고는 일찍부터 알려져 있으나 고분자를 사용하는 전하 유도 방사법은 최근에 개발되기 시작하였다. 전하 유도 방사법에 의해 제조되는 다공성 고분자웹이 상기에 기술한 바와 같은 많은 장점을 갖고 있음에도 불구하고 고분자웹을 고속으로 제조할 수 있는 기술이 개발되어 있지 않다.

특히, 실험 연구를 위해 1개의 니들을 사용하는 실험실 규모의 장치 등은 쉽게 구성할 수 있어 소량의 제조가 가능하나, 이를 상용화하기 위해서는 대량 생산이 가능하여야 하므로 위에서 언급한 문제점이 해결되어야 한다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

따라서, 본 발명은 이러한 종래 기술의 문제점을 감안하여 안출된 것으로, 그 목적은 고분자를 용매에 용해시키거나 용융체(melt)를 사용하여 전하 유도 방사법(electrospinning)을 이용하여 매우 공극율이 높으면서 생산성이 우수한 고다공성웹을 제조하기 위한 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치 및 그 방법을 제공하는데 있다.

발명의 구성 및 작용

상기한 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 고분자 물질을 전하 유도 방사법으로써 고다공성의 고분자웹을 제조하기 위한 장치에 있어서, 액체 상태의 적어도 1종 이상의 고분자 물질이 저장되는 배럴과; 상기 배럴에 저장된 액상의 고분자 물질을 가압하여 공급하는 펌프와; 상기 펌프에 의하여 공급되는 액상의 고분자 물질을 적어도 1 이상의 하전된 노즐을 통하여 분사하여 방사를 제조하는 방사부와; 상기 방사부의 노즐을 하전시키기 위한 전하를 공급하는 고전압 발생부와; 상기 방사부의 하전 극성과 다른 극성으로 대전되어 상기 노즐에 의하여 배출되는 방사를 적층시키면서 이송하여 고분자 웹을 형성시켜 주는 컬렉터를 포함하는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치를 제공한다.

그리고, 본 발명은 고분자 물질을 전하 유도 방사법으로써 고다공성 고분자웹을 제조하는 방법에 있어서, 적어도 1종의 고분자 물질을 액상으로 형성하는 단계와; 상기 액상의 고분자 물질을 하전된 1이상의 노즐을 통하여, 상기 노즐의 아래에 위치하면서 상기 노즐의 하전 극성과 다른 극성으로 대전되어 일정한 속도로 이동하는 컬렉터로 토출하여 적층함으로써 고분자웹을 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 방법을 아울러 제공한다.

(실시예)

본 발명에 따른 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치를 본 발명의 실시예와 첨부한 도면을 통하여 설명한다.

본 발명의 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치에 대한 제 1실시예는 도 2a에 나타낸 바와 같이, 고분자 물질이 액체 상태로 저장되는 배럴(10)과, 상기 배럴(10) 내의 고분자 물질을 가압하여 공급해 주는 펌프(12), 상기 펌프(12)에 의하여 공급되는 고분자 물질을 가는 직경을 갖는 방사로 제조하는 방사부(20), 상기 방사부(20)에서 방사(紡絲)된 방사를 적당한 두께로 적층하면서 이송시켜 주는 컬렉터(50), 상기 방사부(20)의 방사 과정에서 필요한 전하를 공급해 주는 고전압 발생부(40)로 구성되어 있다.

상기, 배럴(10)은 용매를 이용하여 녹인 고분자 또는 용융된 고분자 물질이 저장되는 것으로, 고분자 물질은 적어도 1종 이상의 고분자 물질이 이용되므로, 혼합할 다른 고분자 물질을 한 개의 배럴에 혼합하여 사용하거나, 각각의 고분자 물질을 각각의 배럴에 저장하여 사용할 수 있다.

따라서, 본 발명의 실시예에서는 한 개의 배럴(10)만을 표시하였으나, 경우에 따라서는 여러개의 배럴을 이용할 수 있는 것이다.

상기 펌프(12)는 상기 배럴(10)에 저장되어 있는 액상의 고분자 물질을 가압하여 공급하기 위한 것으로, 이 펌프(12)의 출력을 조절하여 상기 방사부(20)의 방사 속도를 조절할 수 있다.

상기 방사부(20)는 도 3a 및 도 3b에 나타낸 바와 같은 유니 노즐(32) 타입의 방사부와 도 4a 및 도 4b와 같은 멀티 노즐(33) 타입이 있으며, 유니노즐 타입의 방사부를 기준으로 설명한다.

상기 펌프(12)로부터 액상의 고분자 물질을 공급받는 인입관(22)이 그 중앙에 형성된 베이스(24)의 하부면에는 전하를 전달할 수 있는 도전성 금속판으로 이루어진 베이스도전판(26)이 부착되어 있으며, 상기 베이스도전판(26)의 하부면에는 유니노즐(32)이 장착되도록 다수의 노즐 텁(34)이 돌출 형성되어 있다.

따라서, 상기 베이스(24)와 베이스도전판(26) 및 노즐 텁(34)에는 액상의 고분자 물질이 통과할 수 있는 경로가 형성되어 있어야 하며, 이 경로는 상기 펌프(12)에 의하여 가압된 액상의 고분자 물질이 상기 노즐 텁(34)에 동일한 압력으로 작용할 수 있는 구조를 갖어야 한다.

상기 노즐 텁(34)에는 분사구가 한 개만 형성되어 액상의 고분자 물질을 분사하여 방사 기능을 갖는 유니노즐(32)이 장착되며, 상기 유니노즐(32)은 도 3b에서 보는 바와 같이, 상기 노즐 텁(34)의 중앙에 장착된다.

상기 유니노즐(32)이 장착된 위치에 다수의 구멍이 형성되어 유니노즐(32)이 통과할 수 있는 구조를 갖으면서, 행거(27)에 의하여 상기 베이스도전판(26)의 하부면에 전하분배판(28)이 장착된다.

여기서, 상기 전하분배판(28)의 하부에는 전하 분배를 위한 도전판(30)이 상기 전하분배판(28)과 동일한 형상으로 이루어져 부착되어 있다.

한편, 상기 베이스도전판(26)과 전하분배판(28)의 도전판(30)에는 동일한 극성을 갖는 전압이 인가되는데, 이 전압은 고전압 발생부(40)에 의하여 출력된다.

상기 고전압 발생부(40)는 5kV~50kV 범위의 직류 전압을 출력하는 것으로, 양극 출력단자는 상기 베이스도전판(26)과 도전판(30)에 연결되며, 음극 단자는 접지 처리된다.

그리고, 상기 노즐(31)은 도 3b와 같은 유니노즐(32)과 도 4a, b에 나타낸 방사부(20)의 제 2실시예와 같은 다수의 배출구를 갖는 멀티노즐(33)이 있다.

멀티노즐(33)은 노즐(31)간의 전기적 간섭을 최소화시키기 위해 다수개의 니들(33a) 배치가 방사상의 배열을 갖는 것으로, 멀티노즐(33)간의 전기적 간섭을 최소화 시키기 위해 전하분배판(28)을 도입한다.

상기 전하분배판(28)을 도입하면 각 노즐(31)의 주변 환경을 동일하게 만들어 줄 수 있다. 이 때, 사용되는 전하분배판(28)은 금속 등의 도체로 된 도전판(30)이 부착되며, 상기 전하분배판(28)에는 노즐(31)의 크기보다 약간 큰 크기의 구멍이 형성되어 있어서, 이 구멍에 노즐(31)이 삽입되어 있는 구조를 갖는다.

상기 전하분배판(28)의 위치는 노즐(31)의 끝 즉, 고분자가 토출되는 말단에서 약간 떨어져 있으며, 5mm이상의 간격을 유지하는 보다 바람직하다. 또한, 사용되는 도체의 노즐(31)에 위치한 니들(32a, 33a)의 길이와 외경의 비가 10이상, 보다 바람직하게는 20이상이 바람직하다.

방사부(20)의 제 2실시예는 상기 제 1실시예의 구성요소와 대부분이 같이 구성되며, 노즐의 구조만 서로 다르다(따라서, 제 1 및 제 2실시예를 나타낸 도 3a, b와 도 4a, b간의 동일 부재 번호는 동일한 의미를 갖는다.).

방사부 제 2실시예에 적용되는 멀티노즐(33)은 원형으로 이루어진 노즐 텁(34)에 다수의 니들(33a)이 노즐 텁(34)의 중심으로부터 동인한 거리에 등각 간격으로 배치되어 구성된다.

그리고, 상기 방사부(20)의 노즐 배치 구조를 살펴보면 도 5a~d에 나타낸 바와 같이, 여러 가지 형태의 노즐(31) 배치 구조를 갖는데, 이를 설명하면 다음과 같다.

도 5a는 상기 베이스(24) 및 베이스도전판(26), 전하 분배판(28)의 형태를 원형으로 하고, 원의 중심으로부터 같은 거리에 등각 간격을 갖도록 다수의 노즐(31)을 배치하는 구조이다.

여기서, 상기 노즐(31)은 유니노즐(32) 또는 멀티노즐(33)의 구조를 갖는 것이 채택될 수 있으며, 아래에 설명하는 도 5b~d의 경우도 마찬가지이다.

도 5b는 상기 베이스(24) 및 베이스도전판(26), 전하 분배판(28)의 형태를 장방형으로 하고, 종선을 기준으로 노즐(31)을 원호상에 등간격으로 배치하는 구조이다.

도 5c는 상기 베이스(24) 및 베이스도전판(26), 전하 분배판(28)의 형태를 장방형으로 하고, 노즐(31)의 중심이 연속되는 삼각형의 교차점에 위치되도록 배치하는 구조를 갖는데, 이 구조는 노즐(31)의 배치 밀도를 높게 할 수 있다.

도 5d는 상기 베이스(24) 및 베이스도전판(26), 전하 분배판(28)의 형태를 장방형으로 하고, 노즐의 중심이 연속되는 정사각형의 교차점이 위치되도록 배치하는 구조를 갖는다.

상기, 방사부(20)와 컬렉터(50)에 하전시키는 방법에 따른 실시예는 도 2a에 나타낸 바와 같이 한 개의 고전압 발생부(40)를 이용하여, 그 출력 중에서 양극은 베이스도전판(26)과 전하분배판(28)의 도전판(30)에 연결되어 노즐(31)을 통하여 배출되는 고분자 방사를 양극으로 하전시키고, 음극은 상기 컬렉터(50)에 연결되면서 접지 처리된다.

그리고, 다른 실시예는 도 2b에 나타낸 바와 같이, 각각의 제 1 및 제 2고전압 발생부(40, 45)를 이용하여, 제 1고전압 발생부(40)의 양극 출력은 방사부(20)의 베이스도전판(26)과 전하분배판(28)의 도전판(30)에 연결되어, 상기 노즐(31)을 통하여 배출되는 고분자 방사를 양극으로 하전시키고, 제 1고전압 발생부(40)의 그라운드단은 접지 처리된다.

또한, 보다 효율적으로 고분자 방사를 컬렉터(50)에 누적시키기 위해서 컬렉터(50)에 노즐(31)과 전하 분배판(28)의 도전판(30)에 부여된 하전과 반대의 부호를 갖는 하전을 부여할 수 있다.

이를 위하여, 상기 제 2고전압 발생부(45)의 음극 출력은 상기 컬렉터(50)에 연결되고, 그라운드단은 접지 처리되며, 출력 전압은 $-5\text{kV} \sim -50\text{kV}$ 정도이다.

결국, 노즐(31)과 전하분배판(28)의 도전판(30)에 동일한 종류의 하전을 고전압 발생기(40)를 통하여 부여한다. 이 때, 동일한 극, 즉 양극(+)과 양극(+) 혹은 음극(-)과 음극(-)을 사용하며, 반드시 동일한 고전압 발생기를 사용하는 것으로 한정하는 것이 아니다.

따라서, 상기 베이스도전판(26)과 전하분배판(28)의 도전판(30)에는 + 직류 전압이 걸리고, 컬렉터(50)에는 - 직류 전압이 공급되어 서로 반대 극성을 갖는 전하의 인력 작용을 일으켜, 노즐(31)을 통하여 방사되는 고분자 방사가 컬렉터(50)의 상부면에 안정적으로 적중되도록 하는 것이다.

즉, 노즐(31) 주변의 전하 환경을 동일하게 만들어 주었을 뿐 아니라 노즐(31)의 니들(32a, 33a) 상부에서 하부로 반발하는 전하 환경도 갖고 있으므로 토출되는 섬유상의 고분자는 좁은 공간에 최단의 경로를 가지면서 컬렉터(50)에 누적된다.

한편, 상기 방사부(20)와 컬렉터(50)간의 거리(D)는 사용자에 의하여 그 거리가 조절되도록 하여, 컬렉터(50) 상부면에 적중되는 고분자 방사가 최적으로 상태로 적중되도록 그 거리를 조절한다.

그리고, 상기 컬렉터(50)는 금속으로 된 웹(Web)을 사용하거나, 금속으로 된 판을 사용할 수 있으며, 롤러(52)에 의하여 구동되는 컨베이어 벨트 형태로 이루어져, 그 상부면에 적중되어 웹 구조를 갖는 고분자 웹을 한 방향으로 이송시켜 준다.

상기와 같은 구조로 구성되는 전하 유도 방사에 의한 고분자 웹 제조 장치를 이용하여 고분자 웹을 제조하는 과정은 다음과 같이 이루어진다.

상기 배럴(10) 내에 액상으로 저장되어 있는 고분자 물질은 펌프(12)에 의하여 가압 공급되며, 이 가압된 액상의 고분자 물질은 인입관(22)을 통하여 방사부(20) 노즐(31)의 미세한 구멍을 통하여 밀어내면서 동시에 전기장을 걸어주면 용매가 휘발되면서 혹은 응고되면서 일정 거리(D) 하단에 위치하는 컬렉터(50)의 표면에 섬유상으로 이루어진 고분자 웹이 형성된다.

이 고분자웹은 수 μ m~수천 μ m 사이의 직경을 갖는 섬유가 3차원의 네트워크 구조로 적층된 형태를 갖는다.

이 고분자웹은 나노 단위의 섬유 직경을 지니고 있어 단위 부피당 표면적이 매우 높다. 그러므로 다른 제조 방법에 의해서 제조한 고분자웹과 비교하여 매우 큰 기공도와 표면적을 지니고 있다.

미시적으로 섬유상의 구조를 지니고 있는 고분자웹의 형태로 액상에서 고상으로 직접 제조되기 때문에 장치와 제조 공정이 매우 간단하고 제조 시간이 단축되므로 경제성이 매우 높다.

또한, 제조 조건을 변경함으로 제조하고자 하는 웹의 섬유상의 직경(수 μ m~수천 μ m), 막의 두께(수 μ m~수천 μ m)와 기공의 크기를 쉽게 조절할 수 있어 필요에 따라 여러 형태와 두께를 지니는 다공성 고분자웹의 제조가 가능하다.

그리고, 전하 유도 방사법을 이용하면 공정의 단순화가 가능하며, 수 μ m~수천 μ m의 직경을 지니는 섬유상으로 구성된 3차원 구조를 이루며 적층되기 때문에 동일한 기공을 지니는 용매 캐스팅 방법으로 제조된 막에 비하여 상대적으로 우수한 기계적 물성을 나타낸다.

상기와 같은 특징을 갖는 다공성 고분자웹의 제조 방법을 구체적으로 나타내면 다음과 같다.

고분자를 용매에 용해시키거나 혹은 고분자 용융체를 만들고, 이 액상의 고분자를 배럴(barrel, 10)에 투입하고, 방사부(20)의 노즐(31)에 5kV~50kV의 전압을 가한 다음 일정량의 속도로 컬렉터(50) 위에 토출시켜서 고 다공성 고분자웹을 제조한다.

다공성 고분자웹의 두께는 토출 속도를 변경시키면(펌프의 가압력 변화를 이용하여 토출 속도 변경) 임의의 두께로 조절할 수 있으며, 그 범위는 1 μ m~100 μ m 사이이다. 전하 유도 방사 방법은 여러 고분자 물질을 하나의 배럴(10)에 투입한 후 하나 또는 하나 이상의 노즐(31)로 방사하여 고분자가 완전히 혼합된 다공성 고분자웹을 제조하는 방법과, 여러 종류의 고분자 물질을 각각의 배럴(10)에 투입하여 각각의 노즐(31)로 동시에 방사하여 각각의 고분자 섬유가 상호간에 얹힌 형태의 고 다공성 고분자웹을 제조하는 방법 등이 있다.

이같은 고 다공성 고분자웹을 용이하게 제조하기 위해서는 1개 이상의 노즐(31)을 사용하는 것이 바람직한데, 여기서 단순히 노즐(31)을 나열하면 각 노즐(31)에서 토출되는 섬유상의 고분자가 전하를 가지고 있으므로 상호 간섭을 받아서로 반발하여 밀어내고 컬렉터(50)의 영역을 벗어나며, 또한 모세관 노즐(31)의 환경이 서로 달라 각 노즐(31)별로 토출이 균일하지 않으므로 균일한 두께의 막을 제조하는 데 곤란하다.

따라서, 생산성과 고분자웹의 품질을 높이기 위해 노즐(31)의 밀집도를 높이고, 각 노즐(31)의 전하 환경을 동일하게 만들어 주고, 노즐(31)에서 토출되는 섬유상의 고분자의 이동 경로를 최소화 시켜야 한다.

아래에 고분자웹을 제조하기 위하여 제반 조건을 서로 다르게 형성하여 실시한 실시예를 통하여 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 방법을 설명한다.

1. 실시예 1

교반기에 80g의 Dimethylacetamide을 교반하여 혼합한 후 여기에 20g의 polyvinylidene fluoride 중합체(Atochem, Kynar 761)를 넣고 70°C로 24시간 동안 교반하여 투명한 고분자 용액을 얻는다.

이 고분자 용액을 배럴(10)에 투입하고 1개의 니들(32a)을 갖는 유니노즐(32) 42개와 전하분배판(28)의 도전판(30)에 8~12kV의 전압을 인가하고, 컬렉터(50)는 접지 처리를 하였다.

유니노즐(32)의 니들(32a) 끝에서 전하분배판(28)과의 간격은 1.0cm이고, 니들(32a)과 컬렉터(50)간의 높이(D)는 8cm로 설치하였다.

이 때, 컬렉터(50)는 금속제 웹(web)을 사용하였고, 웹의 이동 속도는 10m/min이다. 제조된 다공성 고분자웹의 두께는 마이크로메타로 측정하여 표 1에 나타내었다.

[표 1]

적용 전압(kV)	니들리 고분자 토출 속도(μl/min)	누적된 막의 두께(μm)
8	160	25
9	170	33
10	180	37
12	200	48

2. 실시예 2

교반기에 80g의 Acetone을 교반하여 혼합한 후 여기에 20g의 polyvinylidene fluoride 중합체(Atochem, Kynar 761)를 넣고 70°C로 24시간 동안 교반하여 투명한 고분자 용액을 얻는다.

이 고분자 용액을 배럴(10)에 투입하고 12개의 니들(33a)이 부착된 5개의 멀티노즐(33)과 전하분배판(28)의 도전판(30)에 8~12kV의 전압을 인가하고, 컬렉터(50)는 접지 처리를 하였다.

멀티노즐(33)의 니들(33a) 끝에서 전하분배판(28)과의 간격은 1.2cm이고, 멀티노즐(33)의 니들(33a) 끝부분과 컬렉터(50)간의 높이(D)는 14cm로 설치하였다.

이 때, 컬렉터(50)는 금속제 웹을 사용하였고, 웹의 이동 속도는 15m/min이다. 제조된 다공성 고분자웹의 두께는 마이크로메타로 측정하여 표 2에 나타내었다.

[표 2]

적용 전압(kV)	니들리 고분자 토출 속도(μl/min)	누적된 막의 두께(μm)
8	160	51
9	170	60
10	180	72
12	200	79

3. 실시예 3

교반기에 80g의 Dimethylacetamide와 20g의 polyacrylonitrile 중합체(PolyScience Co.)를 넣고 70°C로 24시간 동안 교반하여 투명한 고분자 용액을 얻는다.

이 고분자 용액을 배럴(10)에 투입하고 4개의 니들(33a)이 부착된 2개의 멀티노즐(33)과 전하분배판(28)의 도전판(30)에 8~16kV의 전압을 인가하고, 컬렉터(50)는 접지 처리를 하였다.

멀티노즐(33)의 니들(33a) 끝에서 전하분배판(28)과의 간격은 1.6cm이고, 멀티노즐(33)의 니들(33a) 끝부분과 컬렉터(50)간의 높이(D)는 15cm로 설치하였다.

이 때, 상기 컬렉터(50)는 금속제 판을 사용하였고, 판의 이동 속도는 3m/min이다. 제조된 다공성 고분자웹의 두께는 마이크로메타로 측정하여 표 3에 나타내었다.

[표 3]

적용 전압(kV)	니들리 고분자 토출속도(μl/min)	누적된 막의 두께(μm)
8	140	24
10	160	32
14	180	41
16	220	50

4. 실시예 4

각각의 교반기에 80g의 Acetone과 20g의 polyvinylidene fluoride 중합체(Atochem, Kynar 761)를 넣어 용해하고(A용액), 80g의 Dimethylacetamide와 10g의 polyvinylidene fluoride 중합체(Atochem, Kynar 761)와 10g의 polyacrylonitrile 중합체(Polyscience, 분자량 150,000)를 넣고 70°C로 24시간 동안 교반하여 투명한 고분자 용액을 얻고(B용액), 83g의 Dimethylacetamide와 17g의 polyacrylonitrile 중합체를 섞어 투명한 용액(C용액)을 얻는다.

상기 A, B, C용액을 3개의 배럴(10)에 각각 투입하여 22개의 니들(33a)이 부착된 멀티노즐(33) 3개에 각각의 고분자 용액이 투입되도록 연결하고, 멀티노즐(33)과 전하분배판(28)의 도전판(30)에 10~16kV의 전압을 인가하고, 컬렉터(50)는 접지 처리를 하였다.

멀티노즐(33)의 니들(33a) 끝에서 전하분배판(28)과의 간격은 1.4cm이고, 멀티노즐(33)의 니들(33a)의 끝부분과 컬렉터(50)간의 높이는 10cm로 설치하였다.

이 때, 3개의 멀티노즐(33)에 고분자 용액의 공급 순서는 앞에 상기 A용액에 연결된 멀티노즐, 중간에 상기 B용액이 연결된 멀티노즐, 뒤에 상기 C용액이 연결된 멀티노즐의 순이다.

그리고, 컬렉터(50)는 금속제 웹(web)을 사용하였고, 웹의 이동 속도는 40m/min이다. 제조된 다공성 고분자웹의 두께는 마이크로메타로 측정하여 표 4에 나타내었다.

[표 4]

적용 전압(kV)	니들리 고분자 토출속도(μl/min)	누적된 막의 두께(μm)
10	140	63
12	160	70
14	180	79
16	220	85

발명의 효과

상기한 바와 같이 이루어진 본 발명에 의하면 전하 유도 방사법으로 고속으로 다공성 고분자웹을 제조할 수 있으며, 제조된 섬유상의 다공성 고분자웹을 2차전지의 분리막(separator), 고분자 전해질막, 연료 전지의 분리막(separator), 필터, 의료용 드레싱 등의 용도로 사용할 수 있다.

이상에서는 본 발명을 특정의 바람직한 실시예를 예로 들어 도시하고 설명하였으나, 본 발명은 상기한 실시예에 한정되지 아니하며 본 발명의 정신을 벗어나지 않는 범위 내에서 당해 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 다양한 변경과 수정이 가능할 것이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

고분자 물질을 전하 유도 방사법으로써 고 다공성의 고분자웹을 제조하기 위한 장치에 있어서,

액체 상태의 적어도 1종 이상의 고분자 물질이 저장되는 배럴과;

상기 배럴에 저장된 액상의 고분자 물질을 가압하여 공급하는 펌프와;

상기 펌프에 의하여 공급되는 액상의 고분자 물질을 적어도 1 이상의 하전된 노즐을 통하여 분사하여 방사를 제조하는 방사부와;

상기 방사부의 노즐을 통하여 토출되는 고분자 물질을 어느 한 극성으로 하전시키기 위한 전하를 공급하는 제 1고전압 발생부와;

상기 방사부의 하전 극성과 다른 극성으로 대전되어 상기 노즐에 의하여 배출되는 방사를 적층시키면서 이송하여 고분자 웹을 형성시켜 주는 컬렉터를 포함하는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치.

청구항 2.

제 1항에 있어서, 상기 펌프는 상기 노즐을 통하여 토출되는 고분자 물질의 토출량을 제어할 수 있도록 그 토출량을 제어할 수 있는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치.

청구항 3.

제 1항에 있어서, 방사부는 상기 펌프로부터 액상의 고분자 물질을 공급받는 인입관이 그 중앙에 형성되고, 그 내부에 액상의 고분자 물질이 통과할 수 있는 경로가 형성된 베이스와;

상기 베이스의 하부면에 부착되어 전하를 전달할 수 있는 도전성 금속판으로 이루어져, 그 하부면에 노즐이 장착되는 다수의 노즐 텁이 돌출 형성된 베이스도전판과;

상기 베이스도전판에 형성된 노즐 텁에 장착되어 고분자 물질을 토출시켜 주는 적어도 1이상의 노즐과;

상기 노즐이 장착된 위치에 다수의 구멍이 형성되어 노즐이 통과할 수 있는 구조를 갖으면서, 상기 베이스도전판의 하부에 장착되는 전하분배판과;

전하 분배를 위하여 상기 전하분배판의 하부에 장착되는 도전판을 포함하는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치.

청구항 4.

제 1항에 있어서, 상기 노즐은 액상의 고분자 물질을 토출시켜 주는 니들이 한 개로 구성되는 유니노즐과, 다수의 니들로 구성되는 멀티 노즐 중에서 어느 한 노즐인 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치.

청구항 5.

제 4항에 있어서, 상기 멀티노즐을 구성하는 다수의 니들은 서로간의 간격이 5mm 이상으로 배치되는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치.

청구항 6.

제 4항에 있어서, 상기 니들은 그 길이와 외경의 비가 10 이상인 구조로 이루어지는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치.

청구항 7.

제 1항에 있어서, 상기 컬렉터는 도전성 금속재의 웹 구조를 갖는 형태와 도전성 금속재의 판 구조 중에서 어느 한 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치.

청구항 8.

제 1항 또는 제 7항에 있어서, 상기 컬렉터는 그 상부에 적층되는 고분자웹을 어느 한 방향으로 이송시켜 주기 위하여 컨베이어벨트식으로 구성되는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치.

청구항 9.

제 1항에 있어서, 상기 컬렉터는 상기 방사부에 대전된 극성과 반대 극성을 갖는 전하를 공급해 주기 위한 제 2고전압 발생부를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치.

청구항 10.

제 1항 또는 제 3항에 있어서, 상기의 전하분배판은 고분자 물질이 토출되는 노즐의 끝으로부터 상부 방향으로 5mm이상 떨어진 위치에 설치되는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치.

청구항 11.

제 1항 또는 제 9항에 있어서, 상기 제 1 및 제 2고전압 발생부의 출력 전압은 그 절대치가 1kV~50kV인 직류 전압인 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 장치.

청구항 12.

고분자 물질을 전하 유도 방사법으로써 고 다공성 고분자웹을 제조하는 방법에 있어서,

적어도 1종 이상의 고분자 물질을 액상으로 형성하여 가압시켜 공급하는 단계와;

상기 액상의 고분자 물질을 하전된 1이상의 노즐을 통하여, 상기 노즐의 아래에 위치하면서 상기 노즐의 하전 극성과 다른 극성으로 대전되어 일정한 속도로 이동하는 컬렉터로 토출하여 적층함으로써 고분자웹을 제조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 방법.

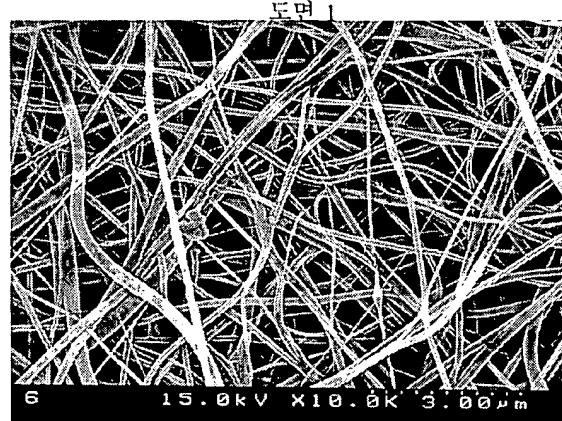
청구항 13.

제 12항에 있어서, 상기 적어도 1종 이상의 액상 고분자 물질을 가압 공급하는 단계에서, 각각의 고분자 물질을 개별 액화시켜 각각의 노즐을 통하여 토출시키는 방법과 각각의 고분자 물질을 혼합하여 토출시키는 방법 중에서 어느 한 방법으로 토출시키는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 방법.

청구항 14.

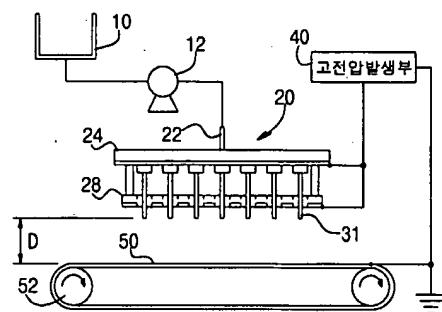
제 12항에 있어서, 상기 고분자웹은 $1\mu\text{m}$ ~ $100\mu\text{m}$ 사이의 두께로 제조되는 것을 특징으로 하는 전하 유도 방사에 의한 고분자웹 제조 방법.

도면

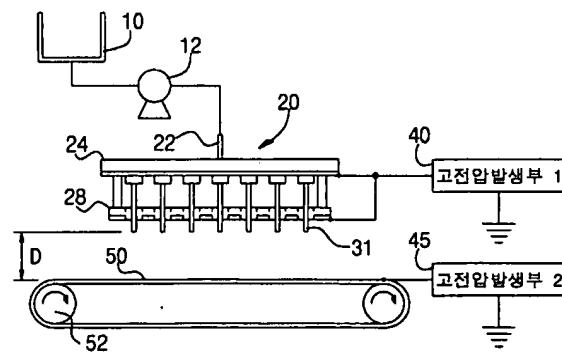


BEST AVAILABLE COPY

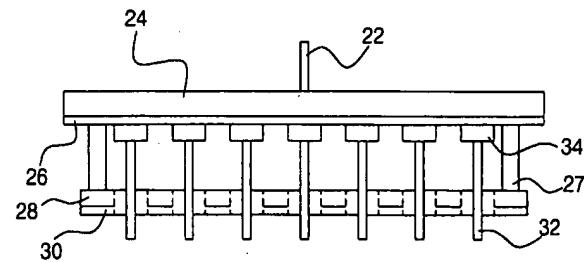
도면 2a



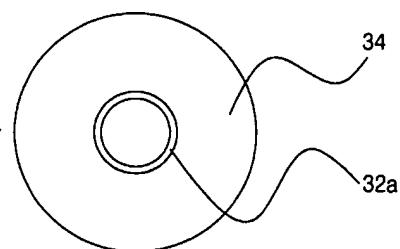
도면 2b



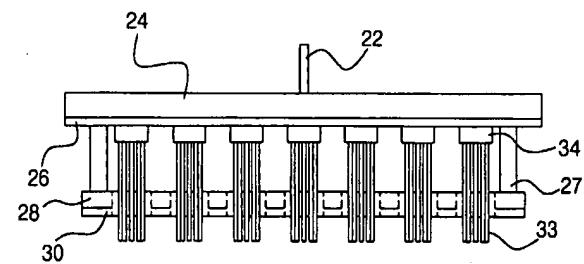
도면 3a



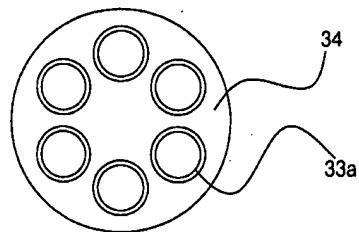
도면 3b



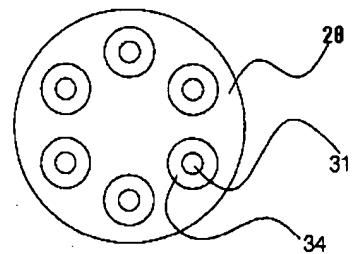
도면 4a



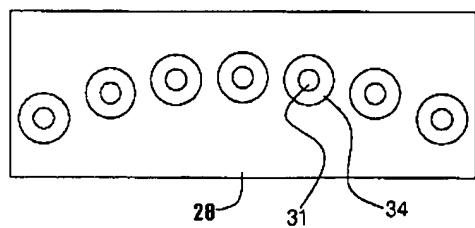
도면 4b



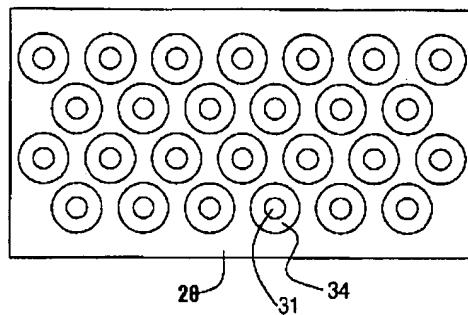
도면 5a



도면 5b



도면 5c



도면 5d

